

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 57147857  
PUBLICATION DATE : 11-09-82

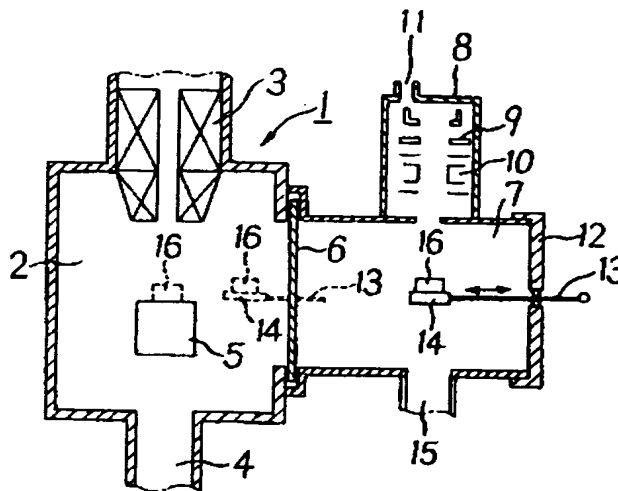
APPLICATION DATE : 06-03-81  
APPLICATION NUMBER : 56031332

APPLICANT : HOJO KIICHI;

INVENTOR : HOJO KIICHI;

INT.CL. : H01J 37/20 G01N 1/28

TITLE : SAMPLE OBSERVATION THROUGH  
SCANNING ELECTRON MICROSCOPE



ABSTRACT : PURPOSE: To neutralize charging of the sample surface which is caused by primary electrons during the observation, and prevent any image disorder which might be caused due to the charging by positively charging the sample surface preliminarily by irradiating positively charged ions on the sample surface.

CONSTITUTION: A mobile arm 13 on which a sample 16 is placed is inserted into a stand-by sample room 7 provided beside a sample room 2 of a scanning electron microscope body 1. After that, the room 7 is vacuumed, and positively charged ions are irradiated on the surface of the sample 16 from an ion irradiating device 8 installed above the room 7. Next, the sample 16 is placed on a sample stand 5 provided within the room 2 by moving the mobile arm 13, and observation is carried out by a usual method by maintaining the vacuum degree of the room 2 at a given value. By the means mentioned above, primary electrons developed during the observation can be neutralized by preliminarily charging the surface of the sample 16 positively. Consequently, secure observation can be carried out by preventing any charging of the surface of the sample 16 which might be caused due to primary electrons.

COPYRIGHT: (C)1982,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57—147857

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
H 01 J 37/20  
G 01 N 1/28

識別記号

庁内整理番号  
7129—5C  
6430—2G

⑬ 公開 昭和57年(1982)9月11日

発明の数 1  
審査請求 有

(全 3 頁)

⑭ 走査型電子顕微鏡による試料観察方法

⑯ 特 願 昭56—31332  
⑰ 出 願 昭56(1981)3月6日  
⑱ 発 明 者 金谷光一  
三鷹市深大寺3919番地

⑲ 発 明 者 北條喜一  
東京都目黒区上目黒5—20—4  
⑳ 出 願 人 金谷光一  
三鷹市深大寺3919番地  
㉑ 出 願 人 北條喜一  
東京都目黒区上目黒5—20—4

明 細 書

1. 発明の名称

走査型電子顕微鏡による試料観察方法

2. 特許請求の範囲

走査型電子顕微鏡により試料を観察するに際して、前記試料の表面に正電荷のイオンを照射し、前記試料表面を予め正に帯電させておくことによつて、観察中の一次電子による前記試料表面の帯電を中和し、かくして、帯電による像傷害を防止したことを特徴とする走査型電子顕微鏡による試料観察方法。

3. 発明の詳細な説明

この発明は、電子顕微鏡、特に走査型電子顕微鏡による試料観察方法に関するものである。

走査型電子顕微鏡で試料を観察する場合、試料表面が一次電子により帯電すると種々の像傷害を

引起すことは良く知られている。

そこで、従来から試料の帯電を防止するために、下記に示す方法にしたがつて試料を処理することが試みられている。すなわち、

① 試料表面に真空蒸着法やスパッタリング法によつて、導電性金属を蒸着する方法。

② 界面活性剤を試料表面にスプレーして被膜を形成する方法。

③ 試料(特に生物試料)内に重金属を化学吸着させて、試料組織間の電気導電性を良くする方法。

ところが、上記①～③の従来の試料処理方法には次のような問題があつた。すなわち、

①の方法では、試料表面に数10 Å～数100 Åの導電性金属の被膜が形成されるので、試料の帯電は確かに防止できるが、走査型電子顕微鏡の最大の特徴である試料表面の直接観察が行えない。また、医、生物試料等の熱変形の受け易い試料では、蒸着する際の熱によつて試料表面が変形する虞れがある。さらに、蒸着金属粒子が試料表面に

均一に蒸着されていないために、高倍率で表面形態の観察を行うことができない。

②の方法では、界面活性剤を試料表面にスプレーするために、凹凸の激しい試料表面では界面活性剤が細部にまで行きわたらず、十分な帯電防止効果が期待できない。また、界面活性剤は水の分子を吸着することによつて試料表面の導電効果を保っているために、走査型電子顕微鏡による観察には不適當である。すなわち、電子線が試料表面を走査すると、試料表面が界面活性剤によつて汚され解像力が低下する。

③の方法は、グルタルアルデヒドと四酸化オスミウムとタンニン酸で試料組織の三重固定を行い、オスミウムとタンニンとの化学作用によつて、試料に導電性を持たせ試料表面の帯電を防止する方法であるが、この方法は試料の固定処理が非常に複雑であり、高倍率での観察では、試料の固定処理状態の違いによつて、部分的な帯電現象の問題が顕著に現われる。また、試料の固定処理が繰返えされることによつて、試料表面に有機物の汚れ

- 3 -

あり、2は試料室、3は電子レンズ、4は排気口、5は試料室2内の電子レンズ3直下に設けられた試料台、6は試料室の側部に設けられた、外部から拔出し自在なステンレス製の内部仕切板、7は試料室2の側部に内部仕切板6を介して連設された予備試料室、8は予備試料室7の中央上部に設けたイオン照射装置、9はイオン照射装置8のイオン引出し用電極、10は静電電極、11はイオン照射装置8のガス導入口、12は予備試料室7の側部に設けられた、透明ガラス製の外部仕切板、13は外部仕切板12の中央部を貫通して外部から出入れ自在な試料台移動アーム、14は試料台移動アーム13の先端に水平に収付けられた試料ホルダー、そして、15は予備試料室7の下部に設けられた排気口を示す。

先づ、外部仕切板12を収外して試料ホルダー14上に試料16を載せ、試料16がイオン照射装置8の直下に位置するまで試料台移動アーム13を移動させ、この後、外部仕切板12を固定する。そして、排気口15から排気を行つて、予備試料

- 5 -

が堆積し、帯電防止効果が低下する。

本願発明者等は、上記問題点を解決すべく鋭意研究を重ねた。その結果、試料表面に正電荷をもつた粒子、すなわち正電荷のイオンを照射して試料表面を予め正に帯電させておけば、観察に際して一次電子(負電子)による試料表面の帯電を中和することができるので、支障なく試料表面の観察が行えるといつた知見を得た。

この発明は、上記知見に基づきなされたものであつて、

走査型電子顕微鏡により試料を観察するに際して、前記試料の表面に正電荷のイオンを照射することによつて、前記試料表面を予め正に帯電させておき、一次電子による帯電を中和し、かくして帯電による像傷害を防止することの特徴を有する。

この発明の方法の一態様を図面を参照しながら説明する。

第1図は、この発明の方法にしたがつて試料を観察している状態を示す断面図である。

第1図において、1は走査型電子顕微鏡本体で

- 4 -

室7内の真空度を $1 \times 10^{-8}$  トール以上にする。その後、ガス導入口11から、Arガス、 $N_2$ ガス等を予備試料室7内に導入し、前記導入ガスをイオン化する。イオン化の方法は、熱電子による方法あるいは電界による方法何れでも良い。導入ガスをイオン化した後、イオン照射装置8のイオン引出し用電極9に負または零電圧を印加して正電荷のイオンのみを引出し、試料16の表面全面に照射する。尚、引出したイオンを必要に応じて静電電極10によつて収束させて試料16の表面に照射しても良い。このように、正電荷のイオンを試料16の表面に照射することによつて、試料16の表面は正に帯電する。イオン照射条件は、試料16の種類によつて異なるが、通常、イオン電流は数10  $\mu A$  以上、イオン照射時間は数10秒で充分である。イオン電流、イオン照射時間とともに増加させれば、試料16の帯電防止効果は一層顕著に現われる。次に、内部仕切板6を開放し、試料移動アーム13を更に奥に移動させて、走査型電子顕微鏡本体1の試料室2内の試料台5上に、

- 6 -

表面が正に帯電した試料16を載せる。次に、試料室2内を排気口4からの排気によつて所定の真空度に保ち、通常の方法で試料16の観察を行う。このとき、内部仕切板6は閉鎖しておく。

以上の説明は、走査型電子顕微鏡本体の試料室に予備試料室を連設し、予備試料室内で試料にイオンを照射する場合であるが、試料を別の場所でイオン照射処理しても良いことは云うまでもない。

以上説明したように、この発明によれば、予め試料表面を、正電荷のイオン照射によつて正に帯電させることにより、観察時の一次電子が中和される結果、一次電子による試料表面の帯電が完全に防止できる。従つて、導電性金属を試料表面に蒸着する方法では不可能であつた試料表面の直接観察が行えることは勿論、試料の種類あるいは試料表面の形状を問わず、しかも、試料表面が有機物等によつて汚れる虞れがなく、容易かつ確実に観察が行えるといつたきわめて有用な効果がもたらされる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、この発明の一態様を示す断面図である。図面において、

- |              |             |
|--------------|-------------|
| 1…走査型電子顕微鏡本体 | 3…電子レンズ     |
| 2…試料室        | 5…試料台       |
| 4…排気口        | 7…予備試料室     |
| 6…内部仕切板      | 9…イオン引出し用電極 |
| 8…イオン照射装置    | 10…静電電極     |
| 11…ガス導入口     | 12…外部仕切板    |
| 13…試料台移動アーム  | 14…試料ホルダー   |
| 15…排気口       | 16…試料       |

出願人 金 谷 美 一 (他1名)

~~出願人 高 橋 潤 一 男~~

第1図

